

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-149242  
(43)Date of publication of application : 30.05.2000

---

(51)Int.Cl. G11B 5/706  
G11B 5/708

---

(21)Application number : 10-322309 (71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD  
(22)Date of filing : 12.11.1998 (72)Inventor : MASAKI KOICHI

---

## (54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a magnetic recording medium in which the electromagnetic conversion characteristics are improved, especially a medium noise is decreased, which has both of travelling durability and proper head cleaning effect, and in which the C/N and error rate at short wavelengths are significantly improved by the combination of an MR head.

**SOLUTION:** This magnetic recording medium is produced by successively forming a substantially nonmagnetic lower layer and a magnetic layer having ferromagnetic metal powder dispersed in a binder in this order on a supporting body. The average major axial length of the ferromagnetic metal powder above described is 0.03 to 0.10 µm. The magnetic layer above described contains 25 to 400 pts.wt. of nonmagnetic particles having a smaller average major axial length than the average major axial length of the ferromagnetic metal powder and having 0 to 30% coefft. of variation of the major axial length to 100 pts.wt. of the ferromagnetic metal powder.

---

## LEGAL STATUS

- [Date of request for examination]
- [Date of sending the examiner's decision of rejection]
- [Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]
- [Date of final disposal for application]
- [Patent number]
- [Date of registration]
- [Number of appeal against examiner's decision of rejection]
- [Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]
- [Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

\* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] In the magnetic-recording medium which prepared the lower layer which is nonmagnetic substantially, and the magnetic layer which comes to distribute a ferromagnetic metal powder in a binder on the base material at this order. The average major-axis length of the aforementioned ferromagnetic metal powder is 0.03–0.10 micrometers. The aforementioned magnetic layer is a magnetic-recording medium characterized by having average major-axis length smaller than the average major-axis length of the aforementioned ferromagnetic metal powder, and carrying out 25–400 weight section content of the nonmagnetic particle whose coefficient of variation of major-axis length is 0 – 30% to this ferromagnetic metal-powder 100 weight section.

[Claim 2] The aforementioned ferromagnetic metal powder is a magnetic-recording medium according to claim 1 characterized by the coefficient of variation of major-axis length being 0 – 30%, the rate of a single crystal being 30% or more, average needlelike ratios being 4–10, a coercive force being 1800 to 3000 oersted, and saturation magnetization being 120 – 160 emu/g, and specific surface area being 40–75m<sup>2</sup> / g.

[Claim 3] The average major-axis length of the aforementioned nonmagnetic particle is a magnetic-recording medium according to claim 1 or 2 characterized by being less than 0.02–0.10 micrometers, for the coefficient of variation of major-axis length being 0 – 30%, and for average needlelike ratios being 3–10, and specific surface area being 40–120m<sup>2</sup> / g.

[Claim 4] The aforementioned nonmagnetic particle is a magnetic-recording medium given in any 1 term of the claims 1–3 characterized by being at least one sort chosen from the hematite, the goethite, the rutile titanium dioxide, and the conductive tin oxide.

[Claim 5] A magnetic-recording medium given in any 1 term of the claims 1–4 characterized by for the aforementioned nonmagnetic particle being at least one sort chosen from the hematite, the goethite, the rutile titanium dioxide, and the conductive tin oxide, and carrying out surface treatment.

[Claim 6] An aluminium compound is put on the goethite containing the aluminum element, annealing processing is dehydrated and carried out, surface treatment is carried out by the drainage system as occasion demands, and the aforementioned nonmagnetic particle is a magnetic-recording medium given in any 1 term of the claims 1–5 which are the hematites which it comes to carry out and are characterized by not containing the aforementioned magnetic layer as an abrasive material particle other than the aforementioned hematite 10–50 atom % content about an aluminum atom to an iron atom.

[Claim 7] the aforementioned magnetic layer — a coercive force — 1800 or more oersteds — it is — the amount of magnetization (saturation-magnetic-flux-density x magnetic layer thickness /4pi) — 1.0 – 8.0 memu/cm<sup>2</sup> it is — magnetic-recording medium given in any 1 term of the claims 1–6 characterized by for magnetic layer thickness being 0.05–1.0 micrometers, and the surface roughness of the aforementioned magnetic layer being 3.0nm or less in the longitudinal-plane-of-symmetry average surface roughness by the 3D-MIRAU method

[Translation done.]

## 磁気記録媒体

特開2000-149242

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-149242

(P2000-149242A)

(43)公開日 平成12年5月30日 (2000.5.30)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>G 1 1 B 5/706  
5/708

識別記号

F I

G 1 1 B 5/706  
5/708

テーマコード(参考)

5 D 0 0 6

審査請求 未請求 請求項の数7 O.L (全19頁)

(21)出願番号 特願平10-322309

(71)出願人 000005201

富士写真フィルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(22)出願日 平成10年11月12日 (1998.11.12)

(72)発明者 正木 幸一

神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フィルム株式会社内

(74)代理人 100073874

弁理士 萩野 平 (外4名)

Fターム(参考) 5D006 BA08 BA10 BA19 FA00 FA02  
FA05 FA09

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体

## (57)【要約】

【課題】電磁変換特性、特に媒体ノイズが低減され、走行耐久性と適度なヘッドクリーニング効果を併せ持ち、MRヘッドとの組合せで短波長でのC/N、エラーレートが格段に改良された磁気記録媒体を提供すること。

【解決手段】支持体上に実質的に非磁性である下層と強磁性金属粉末を結合剤中に分散してなる磁性層をこの順に設けた磁気記録媒体において、前記強磁性金属粉末の平均長軸長が0.03~0.10μmであり、前記磁性層は前記強磁性金属粉末の平均長軸長よりも小さい平均長軸長をもち、かつ長軸長の変動係数が0~30%である非磁性粒子を該強磁性金属粉末100重量部に対し25~400重量部含有することを特徴とする磁気記録媒体。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 支持体上に実質的に非磁性である下層と強磁性金属粉末を結合剤中に分散してなる磁性層をこの順に設けた磁気記録媒体において、前記強磁性金属粉末の平均長軸長が0.03～0.10μmであり、前記磁性層は前記強磁性金属粉末の平均長軸長よりも小さい平均長軸長をもち、かつ長軸長の変動係数が0～30%である非磁性粒子を該強磁性金属粉末100重量部に対し25～400重量部含有することを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 前記強磁性金属粉末は、長軸長の変動係数が0～30%であり、単結晶率が30%以上であり、平均針状比が4～10であり、抗磁力が1800～3000エルステッドであり、飽和磁化が120～160emu/gであり、及び比表面積が40～75m<sup>2</sup>/gであることを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 前記非磁性粒子の平均長軸長は0.02～0.10μm未満であり、長軸長の変動係数が0～30%であり、平均針状比が3～10であり、及び比表面積が40～120m<sup>2</sup>/gであることを特徴とする請求項1または2に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 前記非磁性粒子はヘマタイト、ゲータイト、ルチル型二酸化チタン及び導電性酸化錫から選ばれた少なくとも1種であることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 前記非磁性粒子がヘマタイト、ゲータイト、ルチル型二酸化チタン及び導電性酸化錫から選ばれた少なくとも1種であり、かつ表面処理されていることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

【請求項6】 前記非磁性粒子は、アルミニウム元素を含有したゲータイトにアルミニウム化合物を被着し、脱水、アニール処理し、必要により水系で表面処理し、鉄原子に対しアルミニウム原子を10～50原子%含有させてなるヘマタイトであり、前記磁性層は研磨剤粒子として前記ヘマタイト以外は含有しないことを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

【請求項7】 前記磁性層は、抗磁力が1800エルステッド以上であり、磁化量(飽和磁束密度×磁性層厚み/4π)が1.0～8.0emu/cm<sup>2</sup>であり、磁性層厚みが0.05～1.0μmであり、かつ前記磁性層の表面粗さが3D-MIRAU法による中心面平均表面粗さで3.0nm以下であることを特徴とする請求項1～6のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は磁性層と実質的に非磁性の下層を有し、上層に強磁性金属粉末を含む高密度記録用の磁気記録媒体に関するものである。特に磁気抵抗効果を利用した再生ヘッドと組合わせて使用するとき

に高いS/Nを有する磁気記録媒体に関する。

## 【0002】

【従来の技術】磁気記録技術は、媒体の繰り返し使用が可能であること、信号の電子化が容易であり周辺機器との組み合わせによるシステムの構築が可能であること、信号の修正も簡単にできること等の他の記録方式にはない優れた特長を有することから、ビデオ、オーディオ、コンピューター用途等を始めとして様々な分野で幅広く利用されてきた。

10 【0003】そして、機器の小型化、記録再生信号の質の向上、記録の長時間化、記録容量の増大等の要求に対応するために、記録媒体に関しては、記録密度、信頼性、耐久性をより一層向上させることができた。

15 【0004】例えば、音質及び画質の向上を実現するデジタル記録方式の実用化、ハイビジョンTVに対応した録画方式の開発に対応するために、従来のシステムよりも一層、短波長信号の記録再生ができかつヘッドと媒体の相対速度が大きくなても信頼性、耐久性が優れた

20 磁気記録媒体が要求されるようになっている。またコンピューター用途も増大するデータ量を保存するために大容量のデジタル記録媒体が開発されることが望まれている。

25 【0005】磁気ディスクの分野においても、扱うデータ容量が急激に増加している今日において、フロッピーディスクの大容量化が望まれている。高密度記録特性に優れる強磁性金属微粉末を用いた大容量ディスクとしては100MB以上の高密度FDが実用化されているが、さらに大容量かつ高転送速度のシステムが要求されている。

30 【0006】従来、磁気記録媒体には酸化鉄、Co変性酸化鉄、CrO<sub>2</sub>、強磁性金属粉末、六方晶系フェライト粉末を結合剤中に分散した磁性層を非磁性支持体に塗設したものが広く用いられる。例えば強磁性粉末に強磁性金属粉末や六方晶系フェライトを使用する方法が特開昭58-122623号公報、特開昭61-74137号公報、特公昭62-49656号公報、特公昭60-50323号公報、US4629653号、US4666770号、US4543198号等に開示されている。

35 【0007】また、強磁性粉末の分散性を高めるために、種々の界面活性剤(例えば特開昭52-156606号公報、特開昭53-15803号公報、特開昭53-116114号公報等に開示されている。)を用いたり、種々の反応性のカップリング剤(例えば、特開昭49-59608号公報、特開昭56-58135号公報、特公昭62-28489号公報等に開示されている。)を用いたり、強磁性粉末表面に強く吸着する物質

40 (例えば、特開昭63-42025号公報、特開平1-189025号公報、特開平1-236425号公報)

45 【0008】また、強磁性粉末の分散性を高めるために、種々の界面活性剤(例えば特開昭52-156606号公報、特開昭53-15803号公報、特開昭53-116114号公報等に開示されている。)を用いたり、種々の反応性のカップリング剤(例えば、特開昭49-59608号公報、特開昭56-58135号公報、特公昭62-28489号公報等に開示されている。)を用いたり、強磁性粉末表面に強く吸着する物質(例えば、特開昭63-42025号公報、特開平1-189025号公報、特開平1-236425号公報)

を用いることが提案されている。

【0008】更に、磁性層の表面性を改良するために、塗布、乾燥後の磁性層の表面形成処理方法を改良する方法（例えば、特公昭60-44725号公報に開示されている。）が提案されている。

【0009】磁気記録媒体の高記録密度を達成するため、使用する信号の短波長化が強力に進められている。信号を記録する領域の長さが使用されていた磁性体の大きさと比較できる大きさになると明瞭な磁化遷移状態を作り出すことができないので、実質的に記録不可能となる。このため使用する最短波長に対し充分小さな粒子サイズの磁性体を開発する必要があり、磁性体の微粒子化が長年にわたり指向されている。

【0010】磁気記録用金属粉では粒子形状を針状とし形状異方性を付与し、目的とする抗磁力を得ている。高密度記録のために強磁性金属粉を微細化し得られる媒体の表面粗さを小さくする必要があることは当業者によく知られたことである。しかしながら磁気記録用金属粉は、微細化にともない針状比が低下し所望の抗磁力が得られなくなる。最近、ビデオ信号をデジタル化し記録するDVCシステムが提案されており、高性能なMEテープおよび高性能なMPテープが使用される。

【0011】デジタル信号記録システムにおいて使用される磁気テープは、システム毎に決められており、所謂DLT型、3480、3490、3590、QIC、D8型、あるいはDDS型対応の磁気テープが知られている。これらシステムで用いられる磁気テープは、非磁性支持体上的一方の側に、膜厚が2.0～3.0μmと比較的厚い単層構造の強磁性粉末、結合剤、及び研磨剤を含む磁性層が設けられており、また他方の側には、巻き乱れの防止や良好な走行耐久性を保つために、バックコート層が設けられている。しかし一般に上記のように比較的厚い単層構造の磁性層においては、記録過程で自己減磁の問題、再生過程で出力が低下するという厚み損失の問題がある。

【0012】磁性層の厚み損失による再生出力の低下を改良するために、磁性層を薄層化することが知られており、例えば、特開平5-182178号公報には非磁性支持体上に無機質粉末を含み、結合剤に分散してなる下層非磁性層と該非磁性層が湿潤状態にある内に強磁性粉末を結合剤に分散してなる1.0μm以下の厚みの上層磁性層を設けた磁気記録媒体が開示されている。DLT型、DDSの高容量タイプでは、非磁性層下層上に0.2～0.4μmの磁性層を設けた磁気記録媒体が実用されている。

【0013】そして高密度記録の要求は益々高まり、高回転または高転送の磁気記録媒体が望まれ、安定な記録再生を維持するためには従来の媒体よりもさらに高度な走行性及び耐久性が要求されるようになってきている。以下、塗布型磁気記録媒体において記録密度と走行耐久

性とを主に改善するために提案された先行技術について述べる。

【0014】例えば、特開平6-52541号公報には、磁性層表面の研磨剤の平均突起高さを15nm以下とした磁気テープを開示し、ヘッド磨耗、ヘッド汚れを改善し、電磁変換特性と耐久性とを両立させる旨の記載がある。特開平6-12651号公報は、磁性層のRaが15nm以下で、30nm以上の突起が125,000～250,000ケ/mm<sup>2</sup>分布する磁性層であって、磁性層中の潤滑剤量を示した磁気ディスクを開示している。

【0015】特開平6-309650号公報には、潤滑剤を磁性粉100重量部に対し8～30重量部含有し、磁性層の最も高い突起から20nm低い面よりも高い突起の数が400～2,500ケ/mm<sup>2</sup>とした磁気記録媒、すなわち、磁性層中の潤滑剤量と磁性層面の特定の高さの突起の存在密度を特定することにより、走行安定性を確保しようとする磁気記録媒体、特に磁気ディスクを開示している。

【0016】ところで、従来、電磁誘導を動作原理とする磁気ヘッド（誘導型磁気ヘッド）が用いられ普及している。だが更に高密度記録再生領域で使用するには限界が見え始める。すなわち、大きな再生出力を得るために再生ヘッドのコイル巻数を多くする必要があるがインダクタンスが増加し高周波での抵抗が増加し結果として再生出力が低下する問題があった。

【0017】この問題に対処するために、再生ヘッドに磁気抵抗効果を利用したMRヘッドを使用することで高いS/Nを得るシステムが開発されている。HDDはMRヘッドを使用することが前提となっているだけでなく、磁気テープシステムでもMRヘッドを使用したシステムが開発されている。例えば、DLT型、3480、3490、3590である。MRヘッドを使用したシステムではシステムに起因するノイズ（以下、「システムノイズ」という）を大幅に低減できるので、媒体自体に起因するノイズ（以下、「媒体ノイズ」という）がシステムのS/Nを支配することが知られている。

【0018】つまりMRヘッドを使用したシステム用の磁気記録媒体は媒体ノイズを低減することが必須であり、しかも走行耐久性と適度なヘッドクリーニング効果によるヘッド汚れ防止を両立させることが必要である。MRヘッドで再生するとき、磁気テープの磁化とテープ厚みの積がMR素子の単位体積あたりの磁化の1/2以上あるとMRヘッドが飽和し特性が劣化することが知られており（たとえば、A. Okabe et al. IEEE Trans. Mag n. Vol-32, 3404(1996)）、新たに磁気テープの設計を行なう必要がある。磁性層の磁化量は非磁性物を混合することで低下させることができるのは言うまでもないことである。H. N. Bertram はγFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>にαFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を混合することで充填率を変化させ、充填度の低下にともないAC消磁ノイズが減少することを報告している（IEEE Trans. Ma

gn. Vol-22. 460(1986)）。N. Nagai et al. は粒子サイズが異なる強磁性金属粉に長軸長 0. 15 μm の αFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を混合して、粒子間相互作用と AC 消磁ノイズ、 DC 消磁ノイズを測定している (IEEE Trans. Magn. Vol-34. 1669 (1998))。長軸長 0. 1 μm の強磁性金属粉に長軸長 0. 15 μm の αFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を混合した場合、長軸長 0. 25 μm の強磁性金属粉末に 0. 15 μm の αFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を混合した場合よりも近傍ノイズの低下量が大きいことを報告している。本発明者は、磁性層中に含ませる非磁性物の粒子サイズと粒度分布につき着目し研究した結果、強磁性金属粉末よりも微細で好ましくは粒度がよくそろった粒子を使用しないとノイズ低減効果が十分でないことを見出した本発明にいたった。

## 【0019】

【発明が解決しようとする課題】本発明は電磁変換特性、特に媒体ノイズが低減され、走行耐久性と適度なヘッドクリーニング効果を併せ持ち、MRヘッドとの組合わせで短波長でのC/N、エラーレートが格段に改良された磁気記録媒体を提供することを目的としている。

## 【0020】

【課題を解決するための手段】本発明者は媒体ノイズ低減、走行耐久性、適度なヘッドクリーニング効果を持つ磁気記録媒体を得るために鋭意検討した結果、以下のような媒体とすることで、本発明の目的である優れた電磁変換特性と優れた走行耐久性が得られることを見いだし、本発明に至ったものである。

【0021】本発明は、支持体上に実質的に非磁性である下層と強磁性金属粉末を結合剤中に分散してなる磁性層をこの順に設けた磁気記録媒体において、前記強磁性金属粉末の平均長軸長が 0. 03 ~ 0. 10 μm であり、前記磁性層は前記強磁性金属粉末の平均長軸長よりも小さい平均長軸長をもち、かつ長軸長の変動係数が 0 ~ 30 % である非磁性粒子を該強磁性金属粉末 100 重量部に対し 25 ~ 400 重量部含有することを特徴とする磁気記録媒体である。

## 【0022】本発明の好ましい態様は次の通りである。

1. 前記強磁性金属粉末は、長軸長の変動係数が 0 ~ 30 % であり、単結晶率が 30 % 以上であり、平均針状比が 4 ~ 10 であり、抗磁力が 1800 ~ 3000 エルステッドであり、飽和磁化が 120 ~ 160 emu/g であり、及び比表面積が 40 ~ 75 m<sup>2</sup>/g であることを特徴とする磁気記録媒体。

【0023】2. 前記非磁性粒子の平均長軸長は 0. 02 ~ 0. 10 μm 未満であり、長軸長の変動係数が 0 ~ 30 % であり、平均針状比が 3 ~ 10 であり、及び比表面積が 40 ~ 120 m<sup>2</sup>/g であることを特徴とする磁気記録媒体。

3. 前記非磁性粒子はヘマタイト、ゲータイト、ルチル型二酸化チタン及び導電性酸化錫から選ばれた少なくとも 1 種であることを特徴とする磁気記録媒体。

【0024】4. 前記非磁性粒子がヘマタイト、ゲータイト、ルチル型二酸化チタン及び導電性酸化錫から選ばれた少なくとも 1 種であり、かつ表面処理されていることを特徴とする磁気記録媒体。

5. 前記非磁性粒子は、アルミニウム元素を含有したゲータイトにアルミニウム化合物を被着し、脱水、アニール処理し、必要により水系で表面処理し、鉄原子に対しアルミニウム原子を 10 ~ 50 原子% 含有させてなるヘマタイトであり、前記磁性層は研磨剤粒子として前記ヘマタイト以外は含有しないことを特徴とする磁気記録媒体。

【0025】6. 前記磁性層は、抗磁力が 1800 エルステッド以上であり、磁化量 (飽和磁束密度 × 磁性層厚み / 4π) が 1. 0 ~ 8. 0 emu/cm<sup>2</sup> であり、

- 15 磁性層厚みが 0. 05 ~ 1. 0 μm であり、かつ前記磁性層の表面粗さが 3D-MIRAU 法による中心面平均表面粗さで 3. 0 nm 以下であることを特徴とする磁気記録媒体。

【0026】本発明の構成とすることで、媒体ノイズが小さく優れた走行耐久性と適度なヘッドクリーニング効果を併せ持つ磁気記録媒体を得ることができることを見いだしたものである。そして、本発明は、面記録密度が 0. 3 ~ 3 Gbit/inch<sup>2</sup> 更には面記録密度が 0. 5 ~ 3 Gbit/inch<sup>2</sup> である磁気記録媒体に有効に適用される

- 25 が、このような高い面記録密度は、本発明の層構成の磁気記録媒体で効果的に実現できる。

【0027】本発明により、上記高密度特性と優れた耐久性を併せ持つ磁気記録媒体が得られたのは以下のようない点を有機的に結合し、総合した結果である。そ

- 30 のポイントは ■ 高 Hc、超平滑化、 ■ 複合潤滑剤や高耐久性結合剤、強磁性粉末の改良による耐久性確保、 ■ 磁性層の超薄層化と下層との界面での変動減少、 ■ 強磁性粉末の高充填化、 ■ 粉体 (強磁性粉末、非磁性粉末) の超微粒子化、 ■ ヘッドタッチの安定化、 ■ 寸法安定性と 35 サポート、 ■ 磁性層、支持体の熱収縮率改良、 ■ 高温、低温での潤滑剤の作用等が挙げらる。

【0028】本発明の好適な磁気記録媒体は、極めて薄い磁性層に高出力、分散性、耐久性に優れた微粒子強磁性金属粉末を含み、下層に球状又は針状などの無機粉末

- 40 を含み、非磁性粒子を特定量使用することにより磁化量を最適化した磁性層とすることで磁性層内の自己減磁作用を低減すると共に高周波領域での出力を確保して全帯域のノイズを低下させ、更に重ね書き特性も向上させたものである。記録および再生ヘッドの改良により、薄層 45 磁性層の効果が一層發揮でき、デジタル記録特性の向上が図れる。特に再生ヘッドに MR 素子、巨大磁気抵抗素子を使用するシステムで使用されると好適である。尚、本明細書において、記録ヘッドおよび再生ヘッドの少なくとも一方に言及する場合は、単にヘッドという。

- 50 【0029】一般に、塗布型磁気記録媒体、特に本発明

のような重層構造の磁気記録媒体の媒体ノイズには多くの要因がある。その要因は磁性体の大きさ、磁性層の欠陥（磁性層表面の凹凸、空隙、磁性体凝集、磁性層と下層の界面乱れ、磁性層厚み変動、更に各種物理特性の分布）、磁性層中の磁性粒子の粒子間相互作用の強さ等である。これらの要因とノイズへの寄与の大きさを見積もった結果、磁性層中に添加する非磁性粒子が磁性層中の磁性粒子の粒子間相互作用の強さ、表面凹凸、磁性体凝集、下層と磁性層の界面の乱れ等に大きく影響を及ぼしていることをつきとめ、本発明にいたった。

【0030】本発明者はこれら知見に基づいて検討し、磁性層にはノイズの原因となる磁性体に比較して粗大な研磨剤を添加しないか、もしくは削減し、磁性体である強磁性金属粉末の平均長軸長よりも小さい平均長軸長の非磁性粒子を強磁性金属粉末に対して特定量添加することで全帯域のノイズレベルが低下することを見出した。

【0031】本発明は非磁性粒子を特定量使用することで、強磁性金属粉末の配向をそこなうことがないので、磁化的減少にともなう出力低下を少なくできる。これは、上記非磁性粒子の使用により、個々の強磁性金属粉末が凝集することなく分散して独立に存在するようになるためと思われる。磁性層に非磁性粒子を混合する割合は、好適に使用されるMRヘッドの特性との関連で決めることが好ましいが、強磁性金属粉末100重量部に対し25～400重量部から選定される。好ましくは、30～300重量部、さらに好ましくは、30～200重量部である。25重量部より小さいと、MRヘッドを飽和させる懸念があり、またノイズ低下の効果が十分に得られない。また400重量部より大きいと、磁束密度が小さく出力が小さくなりすぎ、S/N、C/Nが不足する。

【0032】使用される非磁性粒子は、その平均長軸長が強磁性金属粉末の平均長軸長より小さいことが必要であり、その形態、表面構造が強磁性金属粉末と近似乃至類似していることが更に好ましい。これは、その類似性が非磁性粒子と強磁性金属粉末が磁性層内で更に一様に分散され上記強磁性金属粉末の独立性を高めると共に磁性層の表面性向上と共に強磁性金属粉末の配向性（特に面内成分）の良化に寄与するため、出力を高めかつノイズの低減効果を高めるものと考えられる。

【0033】また、非磁性粒子として、例えば、伝導性、研磨性等の機能を有した機能性粒子を適宜選択することにより、一般的に磁性層に添加されるカーボンブラックや研磨剤を削減乃至無添加とすることができるので好ましい。本発明は、粒子サイズと粒度分布、更には表面構造を制御した非磁性粒子を高性能な強磁性金属粉末と混合した薄層磁性層を形成することで、ノイズを格段に低下させることができ、従来にない優れたCN比と走行耐久性、汚れ防止を両立する磁気記録媒体を得ることができた。

【0034】本発明に使用する強磁性金属粉末は、高密

度領域の適性を最大限に引き出すために、高出力、高分散性、配向性に優れたものが好適である。即ち強磁性金属粉末の平均長軸長は0.03～0.10μm、好ましくは0.03～0.09μmであり、強磁性金属粉末の結晶子サイズは80～180Åが好ましく、80～160Åが更に好ましい。また、該強磁性金属粉末は、更にCoを多く含み、焼結防止や研磨性付与等の機能を有するAlやY化合物を含むことにより高出力、高耐久性が達成できる。

10 【0035】また、強磁性金属粉末は、粒子サイズ分布が優れていることが好ましく、長軸長の変動係数（長軸長の標準偏差／平均長軸長）は0～30%が好ましく、0～25%が更に好ましい。この変動係数を小さくすることで、抗磁力分布を改良することができる。また、強

15 磁性金属粉末の単結晶率は30%以上が好ましい。単結晶率を大きくすると、磁化反転モードが一齊回転に近づき、高い抗磁力をを持つ強磁性金属粉末を得ることができる。

【0036】強磁性金属粉末の平均針状比は4～10が好ましく、5～9が更に好ましい。強磁性金属粉末の抗磁力は1800～3000エルステッド(Oe)が好ましく、2000～3000エルステッドが更に好ましく、その飽和磁化( $\sigma_s$ )は120～160emu/gが好ましく、125～155emu/gが更に好ましい。強磁性

25 金属粉末の比表面積は、好ましくは40～75m<sup>2</sup>/gで、更に好ましくは40～70m<sup>2</sup>/gである。尚、本明細書において、強磁性金属粉末又は非磁性粒子の比表面積とはBET法による比表面積(S<sub>BET</sub>)を意味する。

30 【0037】上記強磁性金属粉末は、特開平9-22522号公報、特開平9-106535号公報、特開平6-340426号公報、特願平9-261939号公報およびこれらを組み合わせることにより得ることができる。高密度記録を達成するために抗磁力は高いことが好ましく、使用する記録ヘッドの性能にもよるが、上記のように1800～3000エルステッドが好ましい。高抗磁力化にともない、信号のオーバーライトが問題となる。強磁性金属粉末の抗磁力は、形状異方性が主な起源であるので、上記の通り平均長軸長の変動係数が小さい

35 ことが好ましい。

【0038】本発明における強磁性金属粉末及び非磁性粒子のサイズ・サイズ分布は、次のようにして定義されるものである。高分解能透過型電子顕微鏡で強磁性金属粉末または非磁性粒子の粒子写真を撮影し、粒子形態又は格子像より粒子中の結晶を観察した。約200～300個の粒子についてこのような測定を実施して平均長軸長と単結晶率を求めた。単結晶率とは、1個の結晶でできている粒子数を観察した全粒子数で割って100倍したものである。長軸長の変動係数は、長軸長の標準偏差

45 を平均長軸長で割り算し100倍して求めた。平均針状

50 【0039】本発明に使用する強磁性金属粉末は、高密

比は、撮影した高分解能電顕写真の粒子の輪郭を画像解析装置でなぞりその最大長を長軸長とし、その最短長を短軸長として各々の粒子の針状比（長軸長／短軸長）を求める、それら針状比の算術平均として求める。

【0039】本発明に使用する非磁性粒子の平均長軸長は、強磁性金属粉末の平均長軸長より小さいことが必要である。本発明に使用する非磁性粒子の形状は、長軸と短軸が存在し、平均針状比が1より十分に大きいものであれば特に制限されるべきものではないが、上述のように強磁性金属粉末と似ていることが好ましく、針状、紡錘状等が好ましい。尚、本発明においては、非磁性粉体として、所望により平均針状比が1であるもの、例えば、球状、粒状のものも併用し得る。

【0040】非磁性粒子の平均長軸長は、好ましくは0.02～0.10μm未満、更に好ましくは0.02～0.08μmである。平均長軸長が0.02μm未満では分散が極めて困難となり、磁性層の表面粗さが劣化する。平均長軸長が0.10μm以上であると、塗布後磁界中を通過させたとき粒子の配向が低下し、ひいては出力が低下するので好ましくなく、ノイズ低減効果も乏しくなるので好ましくない。

【0041】また、非磁性粒子の平均針状比は、好ましくは4～10であり、更に好ましくは5～8である。また、非磁性粒子は、強磁性金属粉末と同様に粒子サイズ分布が小さいことが好ましく、長軸長の変動係数は、0～30%が好ましく、さらに好ましくは0～25%である。また、粒子の針状比の変動係数も小さいことが好ましく、0～30%の範囲が好ましい。

【0042】非磁性粒子のS<sub>BET</sub>は、好ましくは40～120m<sup>2</sup>/gである。非磁性粒子の構成素材は、本発明の条件を満足するのであれば特に制限されるべきものではなく、無機物質、有機物質が挙げられるが、無機物質が好ましく、金属酸化物が更に好ましい。尚、無機物質、有機物質の素材としては、後述の下層に使用される無機粉末及び有機粉末、更には後述の下層および/または上層に含有し得る研磨剤と同様のものが挙げられる金属酸化物としては、ヘマタイト、ゲータイト、ルチル型二酸化チタン、導電性酸化錫、酸化インジウム等が挙げられ、これらは針状あるいは紡錘状が好ましい。

【0043】これら非磁性粒子は、Al、Si、Zr等の元素を含有する化合物で表面処理が施され、これら元素の酸化物等が形成されたものが好ましい。ゲータイトは磁性酸化鉄の原料や酸化鉄還元法で合成される強磁性金属粉末の原料を使用することができる。ヘマタイトはこれらゲータイトを脱水、アニール処理し、必要により表面処理することにより製造される。この場合、ゲータイトは種々の元素をゲータイト形成と共に固溶状態で有することもできるし、ゲータイト表面に種々の元素の化合物、例えば、水酸化物を被着し、脱水、アニール処理し、更に必要なら形成されたヘマタイト表面を更に所望

の元素の化合物で処理することにより、所望の元素を有したヘマタイトを製造することができる。

【0044】本発明では、アルミニウム元素を含有したゲータイトにアルミニウム化合物を被着し、脱水、アニール処理し、生成したヘマタイトを水に分散し、これに硫酸アルミニウムを添加し、アルカリを添加してヘマタイト表面に水酸化アルミニウムを沈着させ、脱水処理することにより、酸化アルミニウムを表面に有するヘマタイトを得ることができる。このヘマタイトは、鉄原子に10対しアルミニウム原子を10～50原子%含有させたものが好ましい。

【0045】このようなヘマタイトを使用すれば、他の研磨剤粒子は、磁性層への添加を全く禁ずるものではないが、特に磁性層に含有させる必要がない。ここで研磨剤粒子とは、モース硬度5以上のものを言う。このような態様は、他の研磨性の良好な非磁性粒子についても同様であることは明らかである。また、ルチル型酸化チタン、導電性酸化錫は特開平9-175821号公報、特開平8-231222号公報、特開平9-12314号公報に記載された方法を用いることができる。

【0046】非磁性粒子として、導電性酸化錫を用いた場合、一般的に使用されるカーボンブラック等の導電性物質を削減乃至無添加とすることが可能、研磨剤粒子も削減乃至無添加とすることもできる。磁性層の厚みは、25高密度記録の磁気記録方式や磁気ヘッド、MRヘッド等から要求される性能に適合するように好ましくは0.05～1.0μm、更に好ましくは0.08～0.5μmの薄層に選択される。均一でかつ薄層にしたこのような磁性層は微粒子の強磁性金属粉末及び非磁性粒子を分散30剤の使用と分散性の高い結合剤の組み合わせにより高度に分散させることができる。

【0047】本発明の磁気記録媒体の磁性層の抗磁力(Hc)は、好ましくは1800エルステッド以上であり、更に好ましくは2000エルステッド以上であり、35特に好ましくは2200～3500エルステッドである。上限は明確ではないが、記録ヘッドの改良にともない上限が拡大すると考えられる。1800エルステッド未満では本発明が指向する高記録密度は達成されない。磁性層の最大磁束密度(Bm)は、好ましくは1500～4000ガウス、更に好ましくは1800～3500ガウスであり、(飽和磁束密度×磁性層厚み/4π)で定義される磁化量(以下、単に「磁化量」と記す)は、好ましくは1.0～8.0emu/cm<sup>2</sup>、更に好ましくは1.5～7.0emu/cm<sup>2</sup>であることが好ましい。

【0048】尚、磁気記録媒体の磁化量を調整するために、強磁性金属粉末の酸化膜を増加させ飽和磁化を上記好ましい範囲から低下させることも考えられるが、飽和磁化を低下させ過ぎると、強磁性金属粉末および得られた磁気記録媒体のSFDが劣化するので、このような強

磁性金属粉末を高密度記録媒体用としては用いることは困難である。

【0049】本発明の好適な態様においては、システムで使用されるヘッドとの関係で、磁性層の抗磁力、磁性層厚み、磁性層の磁化量を上記範囲において最適化することが好ましい。

【0050】本発明の磁性層の中心面平均表面粗さ（Ra）は、3D-MIRAU法により測定される値であり、本発明では好ましくは3.0nm以下、更に好ましくは2.7nm以下、特に好ましくは2.5nm以下である。Raが3.0nmを越えると磁気記録媒体とヘッドのスペーシングロスが大きくなり、出力が低く、ノイズが高くなり、本発明の磁気記録媒体が有する媒体性能を十分に發揮することが困難である。

【0051】耐久性は磁気記録媒体にとって重要な要素である。特に高転送レートを実現するためにヘッドとテープの相対速度を大きくする必要がある。ヘリカルシステムではヘッドの回転数を、従来の記録システムに比べて0.5～1桁以上上げる必要があり、リニアシステムでもテープ送り速度を大きくする必要がある。磁気ヘッド、カートリッジ内部品と媒体とが高速摺動する場合の媒体の耐久性の確保は重要である。媒体の耐久性を向上させる手段には、上記本発明の手段に加え、媒体自身の膜強度を上げる結合剤処方と、ヘッドとの滑り性を維持する潤滑剤処方等がある。本発明の媒体では超薄層磁性層に適した3次元ネットワークバインダーシステムが好適に用いられ、高速回転時における走行の安定性、耐久性を確保し、高転送レートを実現している。

【0052】潤滑剤は、使用される種々の温・湿度環境下でそれぞれ優れた効果を發揮する潤滑剤を複数組み合わせて使用することが好ましく、広範囲な温度（低温、室温、高温）、湿度（低湿、高湿）環境下でも各潤滑剤がそれぞれ機能を発揮し、総合的に安定した潤滑効果を維持できるものである。また本発明の層構造、即ち、上層が磁性層で下層が非磁性層の2層構造を活用し、下層に潤滑剤のタンク効果を持たせることで磁性層に常に適量の潤滑剤が供給されるようにし、磁性層の耐久性を向上できる。磁性層に含ませることが出来る潤滑剤量には限度があり、単純に磁性層をうすくすることは潤滑剤の絶対量が減少し、走行耐久性の劣化につながるので耐久性を確保することは困難であった。上下2層に別々の機能を持たせ、互いに補完することで電磁変換特性の向上と耐久性の向上を両立させた。この機能分化は磁気ヘッドとメディアを高速摺動させるシステムでは特に有効である。

【0053】下層には潤滑剤の保持機能の他に表面電気抵抗のコントロール機能を付与できる。一般に電気抵抗のコントロールには、磁性層中にカーボンブラック等の固体導電材料を加えることが多い。これらは磁性体の充填密度を上げることの制約となるほか、磁性層が薄層に

なるに従い、表面粗さにも影響を与える。下層に導電材料を加えることによってこれらの欠点を除くことができる。また下層のクッション効果は良好なヘッドタッチと安定した走行性をもたらすことができる。

- 05 【0054】磁気記録の大容量化／高密度化に伴い、記録トラック密度が向上する。一般には媒体上にサーボ記録エリアを設け、記録トラックに対するヘッドのトレーサビリティを確保している。本発明の磁気記録媒体では支持体として等方的寸度安定性を高めたものを使用する  
10 ことが好ましく、トレーサビリティの一層の安定化を図ることができる。そして平滑性の優れた支持体を用いることによって、磁性層の平滑性を更に向上できる。  
【0055】ディスク形態の磁気記録の高密度化には、線記録密度とトラック密度の向上が必要である。このうちトラック密度の向上には、支持体の特性が重要である。本発明の媒体では支持体の寸度安定性、特に等方性に配慮される。高トラック密度における記録再生では、サーボ記録は不可欠な技術であるが、支持体を出来るだけ等方化することで媒体サイドからもこの改良が図れる。  
20 さらに磁性層やバックコート層が温湿度変化に対し、寸度安定性が良好であることが好ましい。  
【0056】マルチメディア社会になり、画像記録へのニーズは産業界のみならず家庭でも益々強くなっており、本発明の大容量磁気記録媒体は単に文字、数字などのデータ以外に、画像記録用媒体としての機能／コストの要請に十分応えられる能力を持つものである。本発明の好ましい大容量媒体は実績のある塗布型磁気記録媒体をベースとしており、長期信頼性に富み、またコストパフォーマンスに優れているものである。  
30 【0057】本発明の好ましい高容量磁気記録媒体は、以上のような種々の要因を積み重ね、相乗的、有機的に本発明の構成要素と組み合わせることにより、初めて達成されるものである。  
【0058】  
35 【発明の実施の形態】【磁性層】本発明の磁気記録媒体は下層と磁性層（上層ともいう）を支持体の片面だけでも、両面に設けても良い。上下層は下層を塗布後、下層が湿潤状態の内に同時乃至逐次に下層上に上層を塗布する方法（W/W＝ウェット・オン・ウェット法）でも、  
40 下層が乾燥した後に下層上に上層を塗布する方法（W/D＝ウェット・オン・ドライ法）でも設けることが出来る。生産得率の点からW/Wが好ましいが、ディスクの場合W/Dも十分使用できる。本発明の重層構成でW/Wでは上層／下層が同時に形成できるため、カレンダ一工程などの表面処理工程を有効に活用でき、超薄層でも磁性層の表面粗さを良化できる。  
45 【0059】【強磁性金属粉末】強磁性金属粉末としては、 $\alpha$ -Feを主成分とする単体及び合金の強磁性金属粉末が好ましい。強磁性金属粉末には所定の原子以外にAl、Si、Ca、Mg、Ti、Cr、Cu、Y、S

n、Sb、Ba、W、La、Ce、Pr、Nd、P、Co、Mn、Zn、Ni、Sr、Bなどの原子を含んでもかまわない。特に、Al、Ca、Mg、Y、Ba、La、Nd、Sm、Co、Niの少なくとも1つを $\alpha$ -Fe以外に含むことが好ましい。CoはFeと合金を作ると飽和磁化が増加し、かつ減磁が改良されるので特に好ましい。Coの含有量はFeに対して1~40原子%が好ましく、さらに好ましくは15~35原子%、より好ましくは20~35原子%である。Y等の希土類元素の含有量は1.5原子%~12原子%が好ましく、さらに好ましくは3~10原子%、より好ましくは4~9原子%である。Alは1.5~12原子%が好ましく、さらに好ましくは3~10原子%、より好ましくは4~9原子%である。Y等の希土類元素やAlは焼結防止や研磨性付与等として機能しており、両者を組合わせて使用することでより高い焼結防止効果等が得られる。これらの強磁性粉末にはあとで述べる分散剤、潤滑剤、界面活性剤、帯電防止剤などで分散前にあらかじめ処理を行ってもかまわない。

【0060】強磁性金属粉末の含水率は0.1~2重量%とするのが好ましい。結合剤の種類によって強磁性金属粉末の含水率は最適化するのが好ましい。強磁性金属粉末のpHは、用いる結合剤との組合せにより最適化することが好ましい。その範囲は通常、6~12であるが、好ましくは7~11である。強磁性金属粉末のステアリン酸吸着量(表面の塩基性点の尺度)は通常、1~15 $\mu$ mole/m<sup>2</sup>、好ましくは2~10 $\mu$ mole/m<sup>2</sup>、更に好ましくは3~8 $\mu$ mole/m<sup>2</sup>である。ステアリン酸吸着量が多い強磁性金属粉末を使用する時、表面に強く吸着する有機物で表面修飾して磁気記録媒体を作成することがテープ表面に遊離の脂肪酸を多くすることができ摩擦係数を低下するので好ましい。強磁性金属粉末には可溶性のNa、Ca、Fe、Ni、Sr、NH<sub>4</sub>、SO<sub>4</sub>、Cl、NO<sub>2</sub>、NO<sub>3</sub>などの無機イオンを含む場合がある。これらは、本質的に無い方が好ましい。各イオンの総和が300ppm以下程度であれば、特性には影響しない。特開平9-231546号公報に記載されているように、テープ中で脂肪酸鉄や脂肪酸金属塩を生成させないためベンゾヒドロキサム酸との錯体形成量が少ない強磁性金属粉末が好ましい。また、本発明に用いられる強磁性金属粉末は空孔が少なく、その値は通常、10容量%以下で、好ましくは5容量%以下である。

【0061】また形状については先に示した粒子サイズ、磁気特性を満足すれば針状、米粒状、紡錘状のいずれでもかまわない。また、形状についての定義は、前記非磁性粒子の形状について記載したことと同様なことが強磁性金属粉末の形状についても当てはまる。強磁性金属粉末自体のSFDは小さい方が好ましく、強磁性金属粉末のHc分布を小さくすることが好ましく、前記長軸長の変動係数の範囲とすることが好ましい。磁気記録媒

体のSFDが小さいと、磁化反転がシャープでピークシフトが小さくなり、高密度デジタル磁気記録に好適である。Hc分布を小さくするためには、原料となるゲータイトの粒度分布を良くする、単分散 $\alpha$ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を使用する、粒子間の焼結を防止するなどの方法がある。また、前記非磁性粒子として使用する変動係数の小さいヘマタイトやゲータイトを原料とすることができます。

【0062】【下層】次に下層に関する詳細な内容について説明する。本発明の下層は、実質的に非磁性であれば、その構成は特に制限されるべきものではないが、通常、少なくとも樹脂からなり、好ましくは、非磁性粉末、例えば、無機粉末あるいは有機粉末が樹脂中に分散されたものが挙げられる。

【0063】無機粉末としては、例えば、金属酸化物、金属炭酸塩、金属窒化物、金属炭化物等の無機化合物から選択することができる。無機化合物としては例えば $\alpha$ 化率90%以上の $\alpha$ -アルミナ、 $\beta$ -アルミナ、 $\gamma$ -アルミナ、 $\theta$ -アルミナ、炭化ケイ素、酸化クロム、酸化セリウム、 $\alpha$ -酸化鉄、ゲータイト、窒化珪素、二酸化チタン、二酸化珪素、酸化スズ、酸化マグネシウム、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、硫酸バリウム、などが単独または組合せで使用される。特に好ましいのは、粒度分布の小ささ、機能付与の手段が多いこと等から、二酸化チタン、酸化亜鉛、 $\alpha$ -酸化鉄、酸化錫、硫酸バリウムであり、更に好ましいのは二酸化チタン、 $\alpha$ -酸化鉄である。 $\alpha$ -酸化鉄は、粒子サイズがそろった磁性酸化鉄やメタル用原料を加熱脱水し、さらにアニール処理により空孔を少なくし、必要によりAl、Si化合物で表面処理をしたもののが好ましい。通常、二酸化チタンは光触媒性を持っているので、光があたるとラジカルが発生しバインダー、潤滑剤と反応する懸念がある。このため、本発明に使用する二酸化チタンは、Al、Fe等を1~10%固溶させ光触媒特性を低下させることが好ましい。さらに表面をAl、Si化合物で処理し、触媒作用を低下させることが好ましい。これら非磁性粉末の粒子サイズは0.005~1 $\mu$ mが好ましいが、必要に応じて粒子サイズの異なる非磁性粉末を組み合わせたり、単独の非磁性粉末でも粒径分布を広くして同様の効果をもたらせることもできる。とりわけ好ましいのは非磁性粉末の粒子サイズは0.01 $\mu$ m~0.5 $\mu$ mである。特に、非磁性粉末が粒状金属酸化物である場合は、平均粒子径0.08 $\mu$ m以下が好ましく、針状金属酸化物である場合は、平均長軸長が0.3 $\mu$ m以下が好ましく、0.2 $\mu$ m以下がさらに好ましい。タップ密度は通常、0.3~1.5g/ml、好ましくは0.4~1.3g/mlである。非磁性粉末の含水率は通常、0.2~5重量%、好ましくは0.3~3重量%、更に好ましくは0.3~1.5重量%である。非磁性粉末のpHは通常、2~12であるが、pHは5.5~11の間が特に好ましい。非磁性粉末の比表面積は通常、1~100m<sup>2</sup>/g、好

ましくは5~80m<sup>2</sup>/g、更に好ましくは10~80m<sup>2</sup>/gである。非磁性粉末の結晶子サイズは40~1000Åが好ましく、40~800Åが更に好ましい。D B P(ジブチルフタレート)を用いた吸油量は通常、5~100ml/100g、好ましくは10~80ml/100g、更に好ましくは20~60ml/100gである。比重は通常、1.5~7、好ましくは3~6である。形状は針状、球状、多面体状、板状のいずれでも良い。非磁性粉末のS A(ステアリン酸)吸着量は通常、1~20μmole/m<sup>2</sup>、好ましくは2~15μmole/m<sup>2</sup>、さらに好ましくは3~8μmole/m<sup>2</sup>である。S A吸着量が多い非磁性粉末を使用する時、表面に強く吸着する有機物で表面修飾して磁気記録媒体を作成することが摩擦係数を低下させることができるので好ましい。これらの非磁性粉末の表面にはAl、Mg、Si、Ti、Zr、Sn、Sb、Zn、Y等の化合物で表面処理することが好ましい。非磁性粉末の表面に存在させて、特に分散性に好ましいのはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>、TiO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>、MgOおよびこれらの含水酸化物であるが、更に好ましいのはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>およびこれらの含水酸化物である。これらは組み合わせて使用しても良いし、単独で用いることもできる。また、目的に応じて共沈させた表面処理層を用いても良いし、先ずアルミナを施した後にその表層にシリカを施す方法、またはその逆の方法を探ることもできる。また、表面処理層は目的に応じて多孔質層に構わないが、均質で密である方が一般には好ましい。

【0064】本発明の下層に用いられる非磁性粉末の具体的な例としては、昭和電工製ナノタイト、住友化学製HIT-100、HIT-82、戸田工業製α-酸化鉄DPN-250BX、DPN-245、DPN-270BX、DPN-550BX、DPN-550RX、DBN-650RX、DAN-850RX、石原産業製酸化チタンTTO-51B、TTO-55A、TTO-55B、TTO-55C、TTO-55S、TTO-55D、SN-100、チタン工業製酸化チタンSTT-4D、STT-30D、STT-30、STT-65C、α-酸化鉄α-40、ティカ製酸化チタンMT-100S、MT-100T、MT-150W、MT-500B、MT-600B、MT-100F、MT-500H、堺化学製FINEX-25、BF-1、BF-10、BF-20、ST-M、同和鉱業製酸化鉄DEFI C-Y、DEFIC-R、日本エロジル製AS2B M、TiO<sub>2</sub>P25、宇部興産製100A、500A、及びそれを焼成したものが挙げられる。

【0065】下層にカーボンブラックを混合させて公知の効果である表面電気抵抗(R<sub>s</sub>)を下げること、光透過率を小さくすること、所望のマイクロビックース硬度を得る事ができる。また、下層にカーボンブラックを含ませることで潤滑剤貯蔵の効果をもたらすことも可能で

ある。カーボンブラックの種類はゴム用ファーネス、ゴム用サーマル、カラー用ブラック、導電性カーボンブラック、アセチレンブラック等を用いることができる。下層のカーボンブラックは所望する効果によって、以下の特性を最適化すべきであり、併用することでより効果が得られることがある。

- 【0066】下層のカーボンブラックの比表面積は通常、50~500m<sup>2</sup>/g、好ましくは70~400m<sup>2</sup>/g、DBP吸油量は通常、20~400ml/100g、好ましくは30~400ml/100gである。カーボンブラックの平均粒子径は通常、5~80nm、好ましく10~50nm、さらに好ましくは10~40nmである。カーボンブラックのpHは2~10、含水率は0.1~10重量%、タップ密度は0.1~1g/mlが好ましい。本発明に用いられるカーボンブラックの具体的な例としてはキヤボット製BLACKPEARLS 2000、1300、1000、900、800、880、700、VULCAN XC-72、三菱化学製#3050B、#3150B、#3750B、#3950B、#950、#650B、#970B、#850B、MA-600、MA-230、#4000、#4010、コロンビアンカーボン製CONDUCTEX SC、RAVE N8800、8000、7000、5750、5250、3500、2100、2000、1800、1500、1255、1250、アクゾー製ケッテンブラックECなどがあげられる。カーボンブラックを分散剤などで表面処理したり、樹脂でグラフト化して使用しても、表面の一部をグラファイト化したものを使用してもかまわない。また、カーボンブラックを塗料に添加する前にあらかじめ結合剤で分散してもかまわない。これらのカーボンブラックは上記無機粉末に対して50重量%を越えない範囲、下層総重量の40%を越えない範囲で使用できる。これらのカーボンブラックは単独、または組合せで使用することができる。本発明で使用できるカーボンブラックは例えば「カーボンブラック便覧」(カーボンブラック協会編)を参考にすることができる。
- 【0067】また下層には有機粉末を目的に応じて、添加することもできる。例えば、アクリルスチレン系樹脂粉末、ベンゾグアナミン樹脂粉末、メラミン系樹脂粉末、フタロシアニン系顔料が挙げられるが、ポリオレフィン系樹脂粉末、ポリエステル系樹脂粉末、ポリアミド系樹脂粉末、ポリイミド系樹脂粉末、ポリフッ化エチレン樹脂も使用することができる。その製法は特開昭62-18564号、特開昭60-255827号に記されているようなものが使用できる。
- 【0068】下層の結合剤樹脂(種類と量)、潤滑剤・分散剤・添加剤の量、種類、溶剤、分散方法に関しては磁性層に関する公知技術が適用できる。また下層には、補強剤を兼ねて研磨剤を添加することもできる。研磨剤としてはα化率90%以上のα-アルミナ、β-アルミ

ナ、炭化ケイ素、酸化クロム、酸化セリウム、 $\alpha$ -酸化鉄、コランダム、窒化珪素、炭化珪素、チタンカーバイト、酸化チタン、二酸化珪素、窒化ホウ素、など主としてモース硬度6以上の公知の材料が単独または組合せで使用される。また、これらの研磨剤同士の複合体（研磨剤を他の研磨剤で表面処理したもの）を使用してもよい。これらの研磨剤には主成分以外の化合物または元素が含まれる場合もあるが主成分が90重量%以上であれば効果にかわりはない。これら研磨剤の粒子サイズは0.01~1μが好ましく、特に電磁変換特性を高めるためには、その粒度分布が狭い方が好ましい。また耐久性を向上させるには必要に応じて粒子サイズの異なる研磨剤を組み合わせたり、単独の研磨剤でも粒径分布を広くして同様の効果をもたせることも可能である。タップ密度は0.3~1.5g/cc、含水率は0.1~5重量%、pHは2~11、比表面積は1~40m<sup>2</sup>/gが好ましい。研磨剤の形状は針状、球状、サイコロ状、のいずれでも良いが、形状の一部に角を有するものが研磨性が高く好ましい。具体的には住友化学社製AKP-10、AKP-15、AKP-20、AKP-30、AKP-50、HIT-20、HIT-30、HIT-50、HIT-60A、HIT-60G、HIT-70、HIT-80、HIT-82、HIT-100、スミコランダムAA-03、AA-04、AA-06、レイノルズ社製ERC-DBM、HP-DBM、HPS-DBM、不二見研磨剤社製WA10000、上村工業社製UB20、日本化学工業社製G-5、クロメックスU2、クロメックスU1、戸田工業社製TF100、TF140、イビデン社製ベータランダムウルトラファイン、昭和鉱業社製B-3などが挙げられる。下層に添加することで磁性層表面形状を制御したり、磁性層表面の無機粒子の突出状態を制御したりすることができる。これら下層に添加する研磨剤の粒径、量はむろん最適値に設定すべきものである。

【0069】【結合剤】本発明の下層、上層に使用される結合剤としては従来公知の熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応型樹脂やこれらの混合物が使用される。熱可塑性樹脂としては、ガラス転移温度が-100~150°C、数平均分子量が1,000~200,000、好ましくは10,000~100,000、重合度が約50~100程度のものである。このような例としては、塩化ビニル、酢酸ビニル、ビニルアルコール、マレイン酸、アクリル酸、アクリル酸エステル、塩化ビニリデン、アクリロニトリル、メタクリル酸、メタクリル酸エステル、スチレン、ブタジエン、エチレン、ビニルブチラール、ビニルアセタール、ビニルエーテル、等を構成単位として含む重合体または共重合体、ポリウレタン樹脂、各種ゴム系樹脂がある。

【0070】また、熱硬化性樹脂または反応型樹脂としてはフェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリウレタン硬化

型樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、アルキド樹脂、アクリル系反応樹脂、ホルムアルデヒド樹脂、シリコーン樹脂、エポキシ-ポリアミド樹脂、ポリエステル樹脂とイソシアネートプレポリマーの混合物、ポリエステルポリオールとポリイソシアネートの混合物、ポリウレタンとポリイソシアネートの混合物等があげられる。これらの樹脂については朝倉書店発行の「プラスチックハンドブック」に詳細に記載されている。また、公知の電子線硬化型樹脂を各層に使用することも可能である。これらの例とその製造方法については特開昭62-256219に詳細に記載されている。

【0071】以上の樹脂は単独または組合せて使用できるが、好ましいものとして塩化ビニル樹脂、塩化ビニル酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル酢酸ビニルビニルアル

15 ヨール共重合体、塩化ビニル酢酸ビニル無水マレイン酸共重合体、から選ばれる少なくとも1種とポリウレタン樹脂の組合せ、またはこれらにポリイソシアネートを組み合わせたものがあげられる。

【0072】ポリウレタン樹脂の構造はポリエステルポリウレタン、ポリエーテルポリウレタン、ポリエーテルポリエステルポリウレタン、ポリカーボネートポリウレタン、ポリエステルポリカーボネートポリウレタン、ポリカプロラクトンポリウレタンなど公知のものが使用できる。ここに示したすべての結合剤について、より優れた分散性と耐久性を得るためにには必要に応じ、-COOM、-SO<sub>3</sub>M、-OSO<sub>3</sub>M、-P=O(OM)<sub>2</sub>、-O-P=O(OM)<sub>2</sub>、(以上につきMは水素原子、またはアルカリ金属塩基)、-OH、-NR<sub>2</sub>、-N<sup>+</sup>R<sub>3</sub>(Rは炭化水素基)、エポキシ基、-SH、-CN、などから選ばれる少なくともひとつ以上の極性基を

30 共重合または付加反応で導入したものを用いることが好ましい。このような極性基の量は10<sup>-1</sup>~10<sup>-8</sup>mol/gであり、好ましくは10<sup>-2</sup>~10<sup>-6</sup>mol/gである。

【0073】本発明に用いられるこれらの結合剤の具体的な例としては、ユニオンカーバイト製VAGH、VYHH、VMCH、VAGF、VAGD、VR0H、VYES、VYNC、VMCC、XYHL、XYSG、PKHH、PKHJ、PKHC、PKFE、日信化学工業製、MPR-TA、MPR-TA5、MPR-TAL、MPR-TSN、MPR-TMF、MPR-TS、MPR-TM、MPR-TAO、電気化学製1000W、DX80、DX81、DX82、DX83、100FD、日本ゼオン製MR-104、MR-105、MR110、MR100、MR555、400X-110A、日本ボリウレタン製ニッポランN2301、N2302、N2304、大日本インキ製パンデックスT-5105、T-R3080、T-5201、バーノックD-400、D-210-80、クリスピオン6109、7209、東洋紡製バイロンUR8200、UR8300、UR-8700、RV530、RV280、大日精化製、

ダイフェラミン4020、5020、5100、5300、9020、9022、7020、三菱化学製、MX5004、三洋化成製サンプレンSP-150、旭化成製サランF310、F210などがあげられる。

【0074】本発明の下層、磁性層に用いられる結合剤は下層にあっては非磁性粉末または磁性層にあっては非磁性粒子及び強磁性金属粉末の合計に対し、5～50重量%の範囲、好ましくは10～30重量%の範囲で用いられる。塩化ビニル系樹脂を用いる場合は5～30重量%、ポリウレタン樹脂を用いる場合は2～20重量%、ポリイソシアネートは2～20重量%の範囲でこれらを組み合わせて用いることが好ましいが、例えば、微量の脱塩素によりヘッド腐食が起こる場合は、ポリウレタンのみまたはポリウレタンとポリイソシアネートのみを使用することも可能である。

【0075】本発明において、ポリウレタンを用いる場合は、ガラス転移温度が-50～150℃、好ましくは0～100℃、破断伸びが100～2000%、破断応力は0.05～10Kg/mm<sup>2</sup>、降伏点は0.05～10Kg/mm<sup>2</sup>が好ましい。本発明の磁気記録媒体は基本的に下層および上層の二層からなるが、本発明の要件を満足する範囲で磁性層を複層化してもよく、同様に下層も複層化し得る。更に、必要により種々の機能を持たせた任意の層を設けることも可能である。従って、結合剤量、結合剤中に占める塩化ビニル系樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリイソシアネート、あるいはそれ以外の樹脂の量、各樹脂の分子量、極性基量、あるいは先に述べた樹脂の物理特性などを必要に応じ下層、磁性層等の各層で変えることはもちろん可能であり、むしろ各層で最適化すべきであり、多層磁性層に関する公知技術等を適用できる。例えば、各層で結合剤量を変更する場合、ヘッドに対するヘッドタッチを良好にするためには、非磁性層の結合剤量を多くして柔軟性を持たせること等が例示される。

【0076】本発明に用いることができるポリイソシアネートとしては、トリレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、ナフチレン-1,5-ジイソシアネート、o-トルイジンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、トリフェニルメタントリイソシアネート等のイソシアネート類、また、これらのイソシアネート類とポリアルコールとの生成物、また、イソシアネート類の縮合によって生成したポリイソシアネート等を使用することができる。これらのイソシアネート類の市販されている商品名としては、日本ポリウレタン製、コロネートL、コロネートHL、コロネート2030、コロネート2031、ミリオネートMR、ミリオネートMTL、武田薬品製、タケネートD-102、タケネートD-110N、タケネートD-200、タケネートD-202、住友バイエル製、デスマジュールL、デスマジュールIL、デスマジ

ュールN、デスマジュールHL等があり、これらを単独または硬化反応性の差を利用して二つもしくはそれ以上の組合せで各層とも用いることができる。

【0077】【カーボンブラック】本発明の磁性層に使

- 用されるカーボンブラックは、ゴム用ファーネス、ゴム用サーマル、カラー用ブラック、導電性カーボンブラック、アセチレンブラック等を用いることができる。比表面積は5～500m<sup>2</sup>/g、DBP吸油量は10～400ml/100g、平均粒子径は5nm～300nm、pHは2～10、含水率は0.1～10重量%、タッピング密度は0.1～1g/cc、が好ましい。本発明に用いられるカーボンブラックの具体的な例としてはキャボット製、BLACK PEARLS 2000、1300、1000、900、905、800、700、VULCAN-15 XC-72、旭カーボン製、#80、#60、#55、#50、#35、三菱化学製、#2400B、#2300、#900、#1000#30、#40、#10B、コロンビアンカーボン製、CONDUCTEX SC、RAVEN 150、50、40、15、RAVEN-MT-P、アクゾー社製、ケッテンブラックEC、などがあげられる。カーボンブラックを分散剤などで表面処理したり、樹脂でグラフト化して使用しても、表面の一部をグラファイト化したものを使用してもかまわない。また、カーボンブラックを磁性塗料に添加する前にあらかじめ結合剤で分散してもかまわない。これらのカーボンブラックは単独、または組合せで使用することができる。カーボンブラックを使用する場合は磁性体に対する量の0.1～30重量%で用いることが好ましい。カーボンブラックは磁性層の帯電防止、摩擦係数低減、遮光性付与、膜強度向上などの働きがあり、これらは用いるカーボンブラックにより異なる。

【0078】従って本発明に使用されるこれらのカーボンブラックは磁性層、下層でその種類、量、組合せを変え、粒子サイズ、吸油量、電導度、pHなどの先に示した諸特性をもとに目的に応じて使い分けることはもちろん可能であり、むしろ各層で最適化すべきものである。本発明の磁性層で使用できるカーボンブラックは例えば「カーボンブラック便覧」カーボンブラック協会編を参考にできる。

【0079】【研磨剤】ヘッドのクリーニング効果を持たせたり塗膜を補強するため、磁性層に含有させることができる研磨剤は、平均粒子径（平均針状比が1乃至略1）が通常、0.01～1μm、好ましくは0.05～0.8μm、又は平均長軸長が非磁性粒子の平均長軸長より大きいか又は0.1μm以上2μm以下、好ましくは1.0μm以下、モース硬度5以上の粒子が使用し得る。

【0080】結合剤としては、α化率90%以上のα-アルミナ、β-アルミナ、炭化ケイ素、酸化クロム、酸化セリウム、α-酸化鉄、コランダム、窒化珪素、炭化

珪素、チタンカーバイト、酸化チタン、二酸化珪素、窒化ホウ素、など主としてモース硬度5以上の公知の材料が単独または組合せで使用される。また、これらの研磨剤同士の複合体（研磨剤を他の研磨剤で表面処理したもの）を使用してもよい。これらの研磨剤には主成分以外の化合物または元素が含まれる場合もあるが主成分が90重量%以上であれば効果にかわりはない。電磁変換特性を高めるためには、その研磨剤の粒子サイズ粒度分布が狭い方が好ましい。また耐久性を向上させるには必要に応じて粒子サイズの異なる研磨剤を組み合わせたり、単独の研磨剤でも粒径分布を広くして同様の効果をもたらすことも可能である。タップ密度は0.3～1.5g/cc、含水率は0.1～5重量%、pHは3～11、比表面積は10～80m<sup>2</sup>/gが好ましい。本発明に用いられる研磨剤の形状は針状、球状、サイコロ状、のいずれでも良いが、形状の一部に角を有するものが研磨性が高く好ましい。具体的には住友化学社製AKP-10、AKP-12、AKP-15、AKP-20、AKP-30、AKP-50、AKP-80、AKP-100、AKP-1520、AKP-1500、HIT-50、HIT-60A、HIT-60G、HIT-70、HIT-80、HIT-82、HIT-100、スミコランダムAA-03、AA-04、日本化学工業社製、G5、G7、S-1、酸化クロムK、上村工業社製UB40B、不二見研磨剤社製WA8000、WA10000、ミクロンサイズダイヤモンド（0-1/4、0-1/6、0-1/8の各グレード；製造メーカーとしては、東名ダイヤモンド、LANDS社、DuPont社、GE社など）、戸田工業社製TF100、TF140、TF180などが上げられる。これら研磨剤の合計量は強磁性金属粉末100重量部に対して通常、0～20重量部、望ましくは0～15重量部の範囲で添加される。非磁性粒子のモース硬度が5未満の場合、研磨剤の添加量が少なすぎると十分な耐久性が得られず、20重量部より多すぎると表面性、充填度が劣化する。

【0081】これら研磨剤は、あらかじめ結合剤で分散処理したのち磁性塗料中に添加してもかまわない。

【添加剤】本発明の磁性層と下層に使用される、添加剤としては潤滑効果、帯電防止効果、分散効果、可塑効果などをもつものが使用される。二硫化モリブデン、二硫化タンゲステン、グラファイト、窒化ホウ素、フッ化黒鉛、シリコーンオイル、極性基をもつシリコーン、脂肪酸変性シリコーン、フッ素含有シリコーン、フッ素含有アルコール、フッ素含有エステル、極性基を持つパーカルオロポリエーテル、ポリオレフィン、ポリグリコール、アルキル磷酸エステルおよびそのアルカリ金属塩、アルキル硫酸エステルおよびそのアルカリ金属塩、ポリフェニルエーテル、フェニルホスホン酸、αナフチル磷酸、フェニル磷酸、ジフェニル磷酸、p-エチルベンゼンホスホン酸、フェニルホスフィン酸、アミノキノン

類、各種シランカップリング剤、チタンカップリング剤、フッ素含有アルキル硫酸エステルおよびそのアルカリ金属塩、炭素数10～24の一塩基性脂肪酸（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）、およびこれらの金属塩（Li、Na、K、Cuなど）または、炭素数12～22の一価、二価、三価、四価、五価、六価アルコール（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）、炭素数12～22のアルコキシアルコール（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）、炭素数10～24の一塩基性脂肪酸（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）と炭素数2～12の一価、二価、三価、四価、五価、六価アルコールのいずれか一つ（不飽和結合を含んでも、また分岐していてもかまわない）とからなるモノ脂肪酸エステルまたはジ脂肪酸エステルまたはトリ脂肪酸エステル、アルキレンオキシド重合物のモノアルキルエーテルの脂肪酸エステル、炭素数8～22の脂肪酸アミド、炭素数8～22の脂肪族アミン、などが使用できる。

【0082】これらの具体例としては脂肪酸では、カプリン酸、カプリル酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、オレイン酸、エライジン酸、リノール酸、リノレン酸、イソステアリン酸、などが挙げられる。エステル類ではブチルステアレート、オクチルステアレート、アミルステアレート、イソオクチルステアレート、ブチルミリステート、オクチルミリステート、ブトキシエチルステアレート、ブトキシジエチルステアレート、2-エチルヘキシルステアレート、2-オクチルドデシルパルミテート、2-ヘキシルドデシルパルミテート、イソヘキサデシルステアレート、オレイルオレエート、ドデシルステアレート、トリデシルステアレート、エルカ酸オレイル、ネオペンチルグリコールジデカノエート、エチレングリコールジオレイル、アルコール類ではオレイルアルコール、ステアリルアルコール、ラウリルアルコール、などが挙げられる。また、アルキレンオキサイド系、グリセリン系、グリシドール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加体、等のノニオン界面活性剤、環状アミン、エステルアミド、第四級アンモニウム塩類、ヒダントイソ誘導体、複素環類、ホスホニウムまたはスルホニウム類、等のカチオン系界面活性剤、カルボン酸、スルファン酸、磷酸、硫酸エステル基、磷酸エステル基、などの酸性基を含むアニオン界面活性剤、アミノ酸類、アミノスルホン酸類、アミノアルコールの硫酸または磷酸エステル類、アルキルベダイン型、等の両性界面活性剤等も使用できる。これらの界面活性剤については、「界面活性剤便覧」（産業図書株式会社発行）に詳細に記載されている。これらの潤滑剤、帯電防止剤等は必ずしも100%純粋ではなく、主成分以外に異性体、未反応物、副反応物、分解物、酸化物等の不純分が含まれてもかまわな

い。これらの不純分は30重量%以下が好ましく、さらに好ましくは10重量%以下である。

【0083】本発明で使用されるこれらの潤滑剤、界面活性剤は個々に異なる物理的作用を有するものであり、その種類、量、および相乗的効果を生み出す潤滑剤の併用比率は目的に応じ最適に定められるべきものである。下層、磁性層で融点の異なる脂肪酸を用い表面へのにじみ出しを制御する、沸点、融点や極性の異なるエステル類を用い表面へのにじみ出しを制御する、界面活性剤量を調節することで塗布の安定性を向上させる、潤滑剤の添加量を下層で多くして潤滑効果を向上させるなどが考えられ、無論ここに示した例のみに限られるものではない。一般には潤滑剤の総量として磁性層にあっては強磁性金属粉末及び非磁性粒子または下層にあっては非磁性粉末に対し、0.1～50重量%、好ましくは2～25重量%の範囲で選択される。

【0084】また本発明で用いられる添加剤のすべてまたはその一部は、磁性および下層塗料製造などの工程で添加してもかまわない、例えば、磁性塗料では、混練工程前に磁性体と混合する場合、磁性体と結合剤と溶剤による混練工程で添加する場合、分散工程で添加する場合、分散後に添加する場合、塗布直前に添加する場合などがある。また、目的に応じて磁性層を塗布した後、同時または逐次塗布で、添加剤の一部または全部を塗布することにより目的が達成される場合がある。また、目的によってはカレンダーした後、またはスリット終了後、磁性層表面に潤滑剤を塗布することもできる。

【0085】本発明で用いられる有機溶剤は公知のものが使用でき、例えば特開昭6-68453に記載の溶剤を用いることができる。

〔層構成〕本発明の磁気記録媒体の厚み構成は支持体が通常、2.5～100μm、テープの場合は体積密度を大きくするため2.5～10μmが好ましく、さらに好ましくは3.0～8μmである。ディスクの場合は20～100μmが好ましく、さらに好ましくは25～80μmである。

【0086】支持体と下層の間に密着性向上のため下塗り層を設けてもかまわない。本下塗層厚みは通常、0.01～0.5μm、好ましくは0.02～0.5μmである。この場合、帯電防止やカール補正などの効果を出すために磁性層側と反対側にバックコート層を設けてもかまわない。この厚みは通常、0.1～4μm、好ましくは0.3～2.0μmである。これらの下塗層、バックコート層は公知のものが使用できる。

【0087】本発明の磁性層の厚みは用いるヘッドの飽和磁化量やヘッドギャップ長、記録信号の帯域により最適化されるものである。磁性層を異なる磁気特性を有する2層以上に分離してもかまわず、公知の重層磁性層に関する構成が適用できる。本発明の下層の厚みは通常、0.2～5.0μm、好ましくは0.3～3.0μm、

さらに好ましくは0.5～2.5μmである。

【0088】なお、本発明の下層は実質的に非磁性であればその効果を発揮するものであり、たとえば不純物としてあるいは意図的に少量の磁性体を含んでも、本発明の効果を示すものであり、本発明と実質的に同一の構成と見なすことができることは言うまでもない。実質的に非磁性とは下層の残留磁束密度が500ガウス以下もしくは抗磁力が磁性層の約40%以下であることを示し、好ましくは残留磁束密度と抗磁力がゼロの場合である。

【0089】〔支持体〕本発明に用いられる支持体はポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート等のポリエステル類、ポリオレフィン類、セルローストリニアセテート、ポリカーボネート、ポリアミド（例えば、アラミド等の芳香族ポリアミド）、ポリイミド、ポ

リアミドイミド、ポリスルフォン、ポリベンゾオキサゾールなどの公知のフィルムが使用できる。ポリエチレンナフタレート、アラミドなどの高強度支持体を用いることが好ましい。また必要に応じ、磁性層側と、磁性層を設けない場合のその反対面側との表面粗さを変えるため

特開平3-224127に示されるような積層タイプの支持体を用いることができる。これらの支持体にはあらかじめコロナ放電処理、プラズマ処理、易接着処理、熱処理、除塵処理、などを行ってよい。また本発明の支持体としてアルミまたはガラス基板を適用することも可能である。

【0090】支持体表面をWYKO社製TOP-O-3D-MIRAU法で測定した中心面平均表面粗さ（Ra）は通常、8.0nm以下、好ましくは4.0nm以下、さらに好ましくは2.0nm以下のものを使用する。これらの

支持体は単に中心面平均表面粗さが小さいだけではなく、0.5μm以上の粗大突起がないことが好ましい。また表面の粗さ形状は必要に応じて支持体に添加されるフィラーの大きさと量により自由にコントロールされるものである。これらのフィラーとしては一例としてはC

a、Si、Tiなどの酸化物や炭酸塩の他、アクリル系などの有機微粉末があげられる。支持体の最大高さSR<sub>max</sub>は1μm以下、十点平均粗さSR<sub>z</sub>は0.5μm以下、中心面山高さはSR<sub>p</sub>は0.5μm以下、中心面谷深さSR<sub>v</sub>は0.5μm以下、中心面面積率SR<sub>r</sub>は10%

以上、90%以下、平均波長Sλ<sub>a</sub>は5μm以上、300μm以下が好ましい。所望の電磁変換特性と耐久性を得るために、これら支持体の表面突起分布をフィラーにより任意にコントロールできるものであり、0.01μmから1μmの大きさのもの各々を0.1mm<sup>2</sup>あたり0個から2000個の範囲でコントロールすることができる。

【0091】本発明に用いられる支持体のF-5値は、好ましくは5～50Kg/mm<sup>2</sup>、また、支持体の100℃30分での熱収縮率は、好ましくは3%以下、さらに好ましくは1.5%以下、80℃30分での熱収縮率は好ま

しくは1%以下、さらに好ましくは0.5%以下である。破断強度は5~100Kg/mm<sup>2</sup>、弾性率は100~2000Kg/mm<sup>2</sup>、が好ましい。温度膨張係数は10<sup>-4</sup>~10<sup>-5</sup>/℃であり、好ましくは10<sup>-5</sup>~10<sup>-6</sup>/℃である。湿度膨張係数は10<sup>-4</sup>/RH%以下であり、好ましくは10<sup>-5</sup>/RH%以下である。これらの熱特性、寸法特性、機械強度特性は支持体の面内各方向に対し10%以内の差でほぼ等しいことが好ましい。

【0092】[製法] 本発明の磁気記録媒体の磁性塗料を製造する工程は、少なくとも混練工程、分散工程、およびこれらの工程の前後に必要に応じて設けた混合工程からなる。個々の工程はそれぞれ2段階以上にわかれていてもかまわない。本発明に使用する磁性体、非磁性粒子、非磁性粉末、結合剤、カーボンブラック、研磨剤、帯電防止剤、潤滑剤、溶剤などすべての原料はどの工程の最初または途中で添加してもかまわない。また、個々の原料を2つ以上の工程で分割して添加してもかまわない。例えば、ポリウレタンを混練工程、分散工程、分散後の粘度調整のための混合工程で分割して投入してもよい。本発明の目的を達成するためには、従来の公知の製造技術を一部の工程として用いることができる。混練工程ではオープンニーダー、連続ニーダー、加圧ニーダー、エクストルーダなど強い混練力をもつものを使用することが好ましい。ニーダーを用いる場合は磁性体または非磁性粉末と結合剤のすべてまたはその一部（ただし全結合剤の30重量%以上が好ましい）および磁性体100部に対し15~500部の範囲で混練処理される。これらの混練処理の詳細については特開平1-106338、特開平1-79274に記載されている。また、磁性層液および非磁性層液を分散させるにはガラスビーズを用うことができるが、高比重の分散メディアであるジルコニアビーズ、チタニアビーズ、スチールビーズが好適である。これら分散メディアの粒径と充填率は最適化して用いられる。分散機は公知のものを使用することができる。分散速度がことなる磁性体、研磨剤、カーボンブラックをあらかじめ別々に分散し、混合し必要によりさらに微分散して塗布液とすることができる。

【0093】本発明で重層構成の磁気記録媒体を塗布する場合、以下のような方式を用いることが好ましい。第一に磁性塗料の塗布で一般的に用いられるグラビア塗布、ロール塗布、ブレード塗布、エクストルージョン塗布装置等により、まず下層を塗布し、下層がウェット状態のうちに特公平1-46186や特開昭60-238179、特開平2-265672に開示されている支持体加圧型エクストルージョン塗布装置により上層を塗布する方法であり、第二に特開昭63-88080、特開平2-17971、特開平2-265672に開示されているような塗布液通液スリットを二つ内蔵する一つの塗布ヘッドにより上下層をほぼ同時に塗布する方法であり、第三に特開平2-174965に開示されているバ

ックアップロール付きエクストルージョン塗布装置により上下層をほぼ同時に塗布する方法である。なお、磁性粒子の凝集による磁気記録媒体の電磁変換特性等の低下を防止するため、特開昭62-95174や特開平1-236968に開示されているような方法により塗布ヘッド内部の塗布液にせん断を付与することが望ましい。さらに、塗布液の粘度については、特開平3-8471に開示されている数値範囲を満足する必要がある。本発明の構成を実現するには下層を塗布し乾燥させたのち、10その上に磁性層を設ける逐次重層塗布をもちいてもむろんかまわず、本発明の効果が失われるものではない。ただし、塗布欠陥を少なくし、ドロップアウトなどの品質向上させるためには、前述の同時重層塗布を用いることが好ましい。

【0094】支持体上に形成された磁性層は、カレンダーにより表面変形処理されることが好ましい。カレンダー処理ロールとしてエポキシ、ポリイミド、ポリアミド、ポリイミドアミド等の耐熱性のあるプラスチックロールまたは金属ロールで処理するが、特に両面磁性層とする場合は金属ロール同志で処理することが好ましい。処理温度は、好ましくは50℃以上、さらに好ましくは100℃以上である。線圧力は好ましくは200kg/cm以上、さらに好ましくは300kg/cm以上である。カレンダー処理後にダイヤモンドホイールで表面に存在する過剰の結合剤の除去処理を行ったり、スリット後サファイヤブレードや研磨テープを使用して表面層の余剰の結合剤を除去する。このような処理により、繰り返し走行させた時、過剰の結合剤が流動し摩擦係数が増加したり、ヘッドを目づらせるなどを防止できる。

【0095】本発明の磁気記録媒体のヘッドに対する摩擦係数は、温度-10℃~40℃、湿度0%~95%の範囲において通常、0.5以下、好ましくは0.3以下、表面固有抵抗は好ましくは磁性面で10<sup>4</sup>~10<sup>12</sup>オーム/sq、帯電位は-500Vから+500V以内が好ましい。磁性層の0.5%伸びでの弾性率は面内各方向で好ましくは100~2000Kg/mm<sup>2</sup>、破断強度は好ましくは10~70Kg/mm<sup>2</sup>、磁気記録媒体の弾性率は面内各方向で好ましくは100~1500Kg/mm<sup>2</sup>、残留のびは好ましくは0.5%以下、100℃以下のあらゆる温度での熱収縮率は好ましくは1%以下、さらに好ましくは0.5%以下、もっとも好ましくは0.1%以下である。磁性層のガラス転移温度（110Hzで測定した動的粘弹性測定の損失弾性率の極大点）は50℃以上120℃以下が好ましく、下層のそれは0℃~100℃が好ましい。損失弾性率は1×10<sup>8</sup>~8×10<sup>9</sup>dyne/cm<sup>2</sup>の範囲にあることが好ましく、損失正接は0.2以下であることが好ましい。損失正接が大きすぎると粘着故障が発生しやすい。これらの熱特性や機械特性は媒体の面内各方向で10%以内でほぼ等しいことが好ましい。50磁性層中に含まれる残留溶媒は好ましくは100mg/m<sup>2</sup>

以下、さらに好ましくは10mg/m<sup>2</sup>以下である。塗布層が有する空隙率は下層、磁性層とも好ましくは30容量%以下、さらに好ましくは20容量%以下である。空隙率は高出力を果たすためには小さい方が好ましいが、目的によってはある値を確保した方が良い場合がある。

【0096】磁性層表面において、最大高さR<sub>max</sub>は0.5μm以下、十点平均粗さR<sub>z</sub>は0.3μm以下、中心面山高さR<sub>p</sub>は0.3μm以下、中心面谷深さR<sub>v</sub>は0.3μm以下、中心面面積率S<sub>r</sub>は20～80%以下、平均波長λ<sub>a</sub>は5～300μm以下が好ましい。磁性層の表面突起は0.01μm～1μmの大きさのものを0～2000個の範囲で任意に設定することが可能であり、これにより電磁変換特性、摩擦係数を最適化することが好ましい。これらは支持体のフィラーによる表面性のコントロール、磁性層表面に分散される無機粒子の

## 実施例1～10、比較例1～3

## 上層用組成物

## 強磁性金属粉末

組成：Fe 75原子%、Co 25原子%

Al/Fe = 6原子%

Y/Fe = 6原子%

表面酸化膜厚28Å

Hc : 2230エルステッド、S<sub>BET</sub> : 52m<sup>2</sup>/g、

σs : 150emu/g、平均長軸長 : 0.095μm、

長軸長の変動係数(以下、単に「変動係数」と記す) : 25%、

単結晶率 : 35%、結晶子サイズ : 120Å、平均針状比 : 6.5

非磁性粒子 : 表1に記載(後述の非磁性粒子塗料を使用) 表2に記載

塩化ビニル重合体 MR110(日本ゼオン社製) 11部

ポリウレタン樹脂 UR8200(東洋紡社製) 5部

αアルミナ HIT60A(住友化学製) 10部

カーボンブラック #50(旭カーボン社製) 2部

フェニルホスホン酸 3部

ブチルステアレート 2部

ステアリン酸 0.5部

メチルエチルケトン 180部

シクロヘキサン 180部

## 下層用組成物

非磁性粉末 α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 80部平均長軸長 : 0.11μm、S<sub>BET</sub> : 52m<sup>2</sup>/g、

pH : 9、

表面処理剤Al(OH)<sub>3</sub>を原料α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>に対して2重

量%になるように湿式で中和処理して付着させた。

スミコランダムAA-04 5部

(αアルミナ、平均粒子径 : 0.40μm)

## カーボンブラック

コンダクテックスSC-U(コロンビアンカーボン社製) 20部

塩化ビニル重合体 : MR110(日本ゼオン社製) 12部

ポリウレタン樹脂 : UR8200(東洋紡社製) 5部

フェニルホスホン酸 3部

ブチルステアレート 2部

制御、磁性層に添加し得る粉体の粒径と量、カレンダー処理のロール表面形状などで容易にコントロールすることができる。カールは±3mm以内とすることが好ましい。

05 【0097】本発明の磁気記録媒体は、目的に応じ下層と磁性層でこれらの物理特性を変えることができるのを容易に推定されることである。例えば、磁性層の弾性率を高くし走行耐久性を向上させると同時に下層の弾性率を磁性層より低くして磁気記録媒体のヘッドへの当りを10 良くするなどである。

## 【0098】

【実施例】以下、本発明の具体的実施例を説明するが、本発明はこれに限定されるべきものではない。以下の「部」とは「重量部」のことである。

## 表2に記載

11部

5部

10部

2部

3部

2部

0.5部

180部

180部

80部

## 【0099】

5部

20部

12部

5部

3部

2部

ステアリン酸	0.5部
メチルエチルケトン／シクロヘキサン（7／3混合溶剤）	300部
非磁性粒子塗料	
非磁性粒子（表1に示す）	100部
塩化ビニル重合体：MR110（日本ゼオン製）	11部
ポリウレタン樹脂：UR8200（東洋紡社製）	5部
フェニルホスホン酸	3部
ブチルステアレート	2部
ステアリン酸	0.5部
メチルエチルケトン／シクロヘキサン（7／3混合溶剤）	300部

【0100】

【表1】

表1 非磁性粒子

No.	名称	平均長軸長（μm）	変動係数（%）	平均針状比	S <sub>ext</sub> (m <sup>2</sup> /g)	表面処理物	
						種類	量
1	ヘマタイト	0.090	2.6	7.1	6.5	Al(OH) <sub>3</sub>	3wt%
2	ヘマタイト	0.075	2.5	6.8	7.5	Al(OH) <sub>3</sub>	3wt%
3	ヘマタイト	0.091	3.5	7.0	7.0	Al(OH) <sub>3</sub>	3wt%
4	ヘマタイト	0.125	2.7	8.5	5.5	Al(OH) <sub>3</sub>	3wt%
5	γ-ケイ素	0.080	2.3	7.0	8.8		
6	TiO <sub>2</sub>	0.093	2.9	6.1	9.5	Al(OH) <sub>3</sub>	5wt%
7	Sb含有 SnO <sub>2</sub>	0.055	2.7	4.5	9.0		

【0101】表面処理物の量は、名称の欄に記載の処理前の非磁性粒子に対する重量%で、Al(OH)<sub>3</sub>を湿式で中和処理にて付着させた。上記上層用組成物（非磁性粒子を除く）および非磁性粒子塗料のそれぞれについて、又は下層用組成物について顔料、塩化ビニル重合体、フェニルホスホン酸と处方量の50%の各溶剤をニードルで混練した後、ポリウレタン樹脂と残りの成分を加えてサンドミルで分散し、得られた上層用組成物、非磁性粒子塗料又は下層形成用分散液を調製し、該上層用組成物および非磁性粒子塗料を十分攪拌混合し上層形成用分散液を作成した。得られた分散液にポリイソシアネートを下層形成用には5部、磁性層形成用には5部を加え、さらにそれぞれにシクロヘキサン30部を加え、1μmの平均孔径を有するフィルターを用いて濾過し、下層形成用および上層形成用の塗布液をそれぞれ調製した。表2の非磁性粒子使用量の欄には、強磁性金属粉末100部を使用して得られた上層用組成物に対し、混合した非磁性粒子塗料中の非磁性粒子固形分の部数を記した。

【0102】得られた下層形成用塗料（非磁性層用）を、乾燥後の下層の厚さが1.7μmになるようにさらにその直後にその上に磁性層の厚さが0.20μmの厚みとなるように、厚さ4.4μmで中心面平均表面粗さが2nmのアラミド支持体（商品名：ミクロン）上に上層形成用塗布液（磁性層用）を同時重層塗布を行い、両層がまだ湿潤状態にあるうちに6000エルステッドの磁力を持つコバルト磁石と6000エルステッドの磁

25 力を持つソレノイドにより配向し、乾燥により塗膜をセットした。

【0103】乾燥後、金属ロールのみから構成される7段のカレンダーで温度95℃にて分速200m/分で処理を行い、その後、厚み0.5μmのバック層（カーボ

30 ネンブラック 平均粒子径：17nm 100部、炭酸カルシウム 平均粒子径：40nm 80部、αアルミニウム 平均粒子径：200nm 5部をニトロセルロース樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリイソシアネートに分散）を塗布した。3.8mmの幅にスリットし、スリット品の送り

35 出し、巻き取り装置を持った装置に不織布と研磨テープが磁性面に押し当たるように取り付け、テープクリーニング装置で磁性層の表面のクリーニングを行い、テープ試料を得た。

【0104】得られたサンプルについて磁気特性、中心面平均表面粗さ（Ra）、出力とC/N、テープ耐久性を評価した。

（1）磁気特性（Hc、磁化量）：振動試料型磁束計（東英工業社製）を用い、Hm10キロエルステッドで測定した。磁化量は飽和磁束密度×磁性層厚み/4πで算出した磁気記録媒体の単位面積当たりの磁化量である。

（2）中心面平均表面粗さ（Ra）：3D-MIRAUでの表面粗さ（Ra）：WYKO社製TOPO3Dを用いて、MIRAU法で約250×250μmの面積のRa値を測定した。測定波長約650nmにて球面補正、円筒

補正を加えている。本方式は光干渉にて測定する非接触表面粗さ計である。

(3) テープのC/N比は、記録ヘッド(MIG、ギャップ0.15μm、1.8T)をドラムテスターに取り付けてデジタル信号を、ヘッド-メディア相対速度3m/sで、記録波長0.35μmで記録した。トラックピッチ5μmのMRヘッドを使用し再生信号を測定し、ノイズは変調ノイズを測定した。比較例1の出力、C/Nを0dBとして表示した。

表2

	非磁性粒子		磁性層				性能評価			
	No.	使用量 (部)	Hc	磁化量	SQ	Ra (nm)	出力 (dB)	C/N (dB)	耐久性 (回)	スチル
実1	1	50	2385	5.2	0.87	2.4	1.5	4.3	95回	60分以上
実2	1	100	2395	3.8	0.88	2.3	-1.5	5.6	低下なし	60分以上
実3	2	50	2390	5.2	0.88	2.3	1.7	4.9	90回	60分以上
実4	2	100	2400	3.8	0.89	2.2	-1.3	5.8	低下なし	60分以上
実5	2	300	2435	2.0	0.89	2.1	-6.8	5.8	低下なし	60分以上
実6	5	50	2380	5.2	0.87	2.1	1.6	4.8	93回	53分
実7	5	100	2390	3.8	0.88	2.0	-1.2	5.9	低下なし	55分
実8	6	50	2375	5.1	0.86	2.4	1.2	4.2	低下なし	60分以上
実9	6	100	2380	3.8	0.87	2.3	-2.0	5.2	低下なし	60分以上
実10	7	50	2380	5.2	0.88	2.0	1.8	5.1	98回	60分以上
比1	4	50	2370	5.1	0.83	2.8	0.0	0.0	52回	25分
比2	4	100	2375	3.7	0.83	3.3	-4.5	-3.3	60回	30分
比3	3	50	2375	5.2	0.84	2.7	0.5	0.0	90回	60分以上

注)実:実施例、比:比較例、Hc:エルステッド、磁化量:memu/cm<sup>2</sup>

【0106】本発明の範囲の平均長軸長と変動係数を持つ強磁性金属粉末と非磁性粒子を所定量磁性層に含有させたことで、高いC/Nを得ることができた。強磁性金属粉末よりも平均長軸長が大きいか、変動係数が大きい非磁性粒子を混合するとSQが劣化し、実施例と同じ混合割合の場合、感度、C/N、耐久性及びスチルが劣った。実施例において、非磁性粒子の混合量が多い場合、磁化量

実施例11～14、比較例4～5  
上層組成物

#### 強磁性金属粉末

組成: Fe 75原子%、Co 25原子%

Al/Fe = 6原子%

Y/Fe = 8原子%

#### 表面酸化膜厚 28Å

Hc: 2170エルステッド、S<sub>BET</sub>: 56 m<sup>2</sup>/g、σs: 145 emu/g

平均長軸長: 0.065 μm、

変動係数: 2.2%、単結晶率: 41%、結晶子サイズ: 115 Å、

平均針状比: 6.0

非磁性粒子: 表3に記載(後述の非磁性粒子塗料を使用) 表4に記載

塩化ビニル重合体 MR 110 (日本ゼオン社製)

100部

(4) テープ耐久性は、DDSドライブを用いて所定の信号を記録した後、再生信号をモニターしつつ50℃、10%RHで走行させた。初期再生出力の70%になった時点での回数を評価した。100回繰り返し走行させ、出力低下がなかったサンプルは低下なしと表示する。さらに、スチル評価機を使用し、40℃ 10%RHでスチル耐久性を評価した。得られた結果を表2に示す。

#### 【0105】

#### 【表2】

05

の低減にともない感度は低下するが、ノイズがそれ以上に低下し高いC/Nをもつ磁気記録媒体が得られた。実施例は、信号を繰り返し再生した時、出力低下が少なく繰り返し耐久性が優れていた。繰り返し再生で出力低下が認められたヘッドを顕微鏡観察すると、ヘッド周辺に汚れが存在していた。

#### 【0107】

35

ポリウレタン樹脂 UR 8200 (東洋紡社製)	5部
カーボンブラック #50 (旭カーボン社製)	2部
フェニルホスホン酸	3部
ブチルステアレート	2部
ステアリン酸	0.5部
メチルエチルケトン	180部
シクロヘキサン	180部

下層組成物：実施例1と同じ

## 非磁性粒子の調製

炭酸鉄を経由してゲータイト生成時にAlイオンを共存させ微粒子の核晶を生成し、さらに核晶を成長させるときにもAlを共存させAlを粒子内に固溶させた（粒子に添加したAl量を表3に示す）。ゲータイトを400°Cで脱水し、さらに650°Cでアニール処理を行ったヘマタイトを水で分散し、硫酸アルミニウムを添加（Al/Fで2原子%となる量）し、アルカリを添加してヘマタ

イト表面に水酸化アルミニウムを沈着させ湿式で中和処理することにより、表面処理を行った。

【0108】得られたヘマタイトをTEM観察し平均長軸長、長軸長の変動係数、平均針状比、 $S_{BET}$ を測定した。結果を表3に示す

## 【0109】

【表3】

表3 非磁性粒子

No.	添加Al量 (Al/Fe) (原子%)	平均長軸長 (μm)	変動係数 (%)	平均針 状比	$S_{BET}$ (m <sup>2</sup> /g)
A	7.5	0.10	25	7.5	55
B	10	0.063	22	6.5	68
C	20	0.045	21	6.0	90

【0110】

25

## 非磁性粒子塗料

非磁性粒子 Al添加 $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (表3に記載)	100部
塩化ビニル重合体 MR 110 (日本ゼオン社製)	11部
ポリウレタン樹脂 UR 8200 (東洋紡社製)	5部
カーボンブラック #50 (旭カーボン社製)	2部
フェニルホスホン酸	3部
ブチルステアレート	2部
ステアリン酸	0.5部
メチルエチルケトン	180部
シクロヘキサン	180部

上記上層用組成物（非磁性粒子は除く）および非磁性粒子塗料のそれぞれについて、又は下層用組成物について顔料、塩化ビニル重合体、フェニルホスホン酸と处方量の50%の各溶剤をニーダーで混練した後、ポリウレタン樹脂と残りの成分を加えてサンドミルで分散し、得られた上層用組成物、非磁性粒子塗料又は下層形成用分散液を調製し、該上層用組成物および非磁性粒子塗料を十分攪拌混合し上層形成用分散液を作成した。得られた分散液にポリイソシアネートを下層形成用には5部、磁性層形成用には5部を加え、さらにそれぞれにシクロヘキサン30部を加え、1μmの平均孔径を有するフィルターを用いて濾過し、下層形成用および上層形成用の塗布液をそれぞれ調製した。表4の非磁性粒子使用量の欄には、強磁性金属粉末100部を使用して得られた上層用組成物に対し、混合した非磁性粒子塗料中の非磁性粒子

固形分の部数を記した。

【0111】得られた下層形成用塗料（非磁性層用）を、乾燥後の下層の厚さが1.7μmになるようにさらにその直後にその上に磁性層の厚さが0.25μmの厚みとなるよう、厚さ4.4μmで中心面平均表面粗さが2nmのアラミド支持体（商品名：ミクトロン）上に上層形成用塗布液（磁性層用）を同時重層塗布を行い、両層がまだ湿潤状態にあるうちに6000エルステッドの磁力をを持つコバルト磁石と6000エルステッドの磁力をを持つソレノイドにより配向し、乾燥した。

【0112】乾燥後、金属ロールのみから構成される7段のカレンダーで温度95°Cにて分速200m/分で処理を行い、その後、厚み0.5μmのバック層（カーボンブラック 平均粒子径：17nm 100部、炭酸カルシウム 平均粒子径：40nm 80部、αアルミナ

平均粒子径：200nm 5部をニトロセルロース樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリイソシアネートに分散）を塗布した。3.8mmの幅にスリットし、スリット品の送り出し、巻き取り装置を持った装置に不織布と研磨テープが磁性面に押し当たるよう取り付け、テープクリーニング装置で磁性層の表面のクリーニングを行い、テープ試料を得た。

【0113】得られたサンプルについて上記の実施例と同様に磁気特性、中心面平均表面粗さ（Ra）、出力とC/N、テープ耐久性を評価した。電磁変換特性評価の基準は非磁性粒子Aを50部混合した比較例4を使用した。

## 【0114】

【表4】

表4

	非磁性粒子		磁性層				性能評価			
	No.	使用量 (部)	Hc	磁化量	SQ	Ra (nm)	出力 (dB)	C/N (dB)	耐久性 (回)	スチル
実11	B	50	2300	6.5	0.88	2.2	1.2	5.5	80回	50分
実12	B	100	2335	4.9	0.89	2.1	-1.0	6.0	低下なし	60分以上
実13	C	50	2305	6.5	0.89	2.1	1.3	5.8	低下なし	60分以上
実14	C	100	2330	4.9	0.90	2.0	-1.0	6.5	低下なし	60分以上
比4	A	50	2290	6.4	0.81	2.7	0.0	0.0	50回	10分
比5	A	100	2292	4.8	0.82	2.7	-3.5	-3.0	45回	15分

注)実:実施例、比:比較例、Hc:エルステッド、磁化量:nemu/cm<sup>3</sup>

【0115】本発明の範囲の平均長軸長と変動係数を持つ強磁性金属粉末と非磁性粒子を所定量磁性層に含有させたことで、高いC/Nを得ることができた。強磁性金属粉末よりも平均長軸長が大きい非磁性粒子を混合するとSQが劣化し、実施例と同じ混合割合の場合、感度、C/N、耐久性及びスチルが劣った。実施例において、非磁性粒子の混合量が多い場合、磁化量の低減にともない感度は低下するが、ノイズがそれ以上に低下し高いC/Nをもつ磁気記録媒体が得られた。実施例は、信号を繰り返し再生した時、出力低下が少なく繰り返し耐久性が優れていた。特に、実施例13及び14のように高Al含有量の $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を使用した時、磁性層に研磨剤粒子を加えなくて、信号を繰り返し再生した時、出力低下が少なく

20 繰り返し耐久性が優れていた。

## 【0116】

【発明の効果】本発明は、支持体上に実質的に非磁性である下層と強磁性金属粉末を結合剤中に分散してなる磁性層をこの順に設け、前記強磁性金属粉末として、その平均長軸長が0.03～0.10μmであるものを用いると共にその平均長軸長よりも小さい平均長軸長をもつ非磁性粒子を該強磁性金属粉末100重量部に対し25～400重量部用いた磁性層を形成することにより、電磁変換特性、特に媒体ノイズが低減され、走行耐久性と適度なヘッドクリーニング効果を併せ持ち、MRヘッドとの組合せで短波長でのC/N、エラーレートが格段に改良された磁気記録媒体を提供することができる。